

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

Partial Translation of Japanese Laid-Open Patent Publication No. 51-38600

Date of Laid-Open: March 31, 1976

Application No. 49-91062

Filing date: November 22, 1973

Applicant: Sumitomo Chemical Company, limited

Inventors: Yutaka Terada et al.

Title of the Invention:

Treating method for fibers or paper

Claim:

A treating method for fibers or paper comprising a process of treating fibers or paper with an aqueous dispersion containing a reaction product with or without emulsifier,

wherein the reaction product is obtained by reacting epihalohydrin with an polyamide, and

the polyamide is obtained from an aliphatic monocarboxylic acid having 8 to 20 carbon atoms and an alkylene polyamine.

Page 2, upper right column, lines 1 to 13

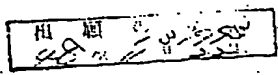
Suitable examples of the aliphatic monocarboxylic acid having 8 to 20 carbon atoms used in the present invention include, caprylic acid, capric acid, lauric acid, myristic acid, palmitic acid, stearic acid, and the like. Furthermore, synthetic fatty acids can be used.

Suitable examples of the alkylene polyamine include ethyleneamines such as ethylenediamine, diethylenetriamine,

triethylenetetramine, and tetraethylenepentamine; propyleneamines such as propylenediamine, iminobispropylamine, methyliminobispropylamine; and piperazines such as N-aminoethylpiperazine, and piperazine.

Page 2, upper right column, line 18 to lower left column, line 2

The reaction of the aliphatic monocarboxylic acid and an alkylenepolyamine and the reaction of the resultant amide compound with the epihalohydrin can be easily carried out according to the conventional dehydration and condensation reaction and the alkylation reaction.



特許庁長官 披露 英 雄
特許庁長官 披露 英 雄

昭和49年 1 月 7 日

①9. 日本国特許庁 公開特許公報

①特開昭 51-38600
④公開日 昭51. (1976) 3.31
②特願昭 49-91062
②出願日 昭48. (1973) 11.22
審査請求 未請求 (全4頁)

庁内整理番号
7019 47

1. 発明の名称

織維または紙の処理方法

2. 原特許出願の表示 昭和48年特許願第 131993号
(昭和48年 11月22日)

3. 発明者

住 所 兵庫県西宮市御地谷町5番4号
氏 名 三 田 孝 (ほか5名)

4. 特許出願人

住 所 大阪府東区北浜5丁目15番地
名 称 (209) 住友化学工業株式会社
代表者 長谷川 周 重

5. 代理人

住 所 大阪府東区北浜5丁目15番地
(住友化学工業株式会社内)
氏 名 弁理士 (5819) 澤 浦 雪 男
〒545 住友化学工業株式会社 (大阪支店) TEL 232-7097

⑤2日本分類

48 D11

⑤1 Int. Cl²

D06M 15/60
D06M 13/18

明 細 書

1. 発明の名称

織維または紙の処理方法

2. 特許請求の範囲

織維または紙を、炭素数5〜20の脂肪族モノカルボン酸とアルキレンポリアミンとからなるポリアミド体とエポハロヒドリンを反応させて得られる生成物をそのまましくは乳化剤を用いて水に分散せしめてなる分散液を用いて処理することを特徴とする織維または紙の処理方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は織維または紙の柔軟撥水処理法に関し、更に詳しくは織維または紙を、炭素数5〜20の脂肪族モノカルボン酸とアルキレンポリアミンとからなるポリアミド体とエポハロヒドリンを反応させて得られるアルキル化生成物をそのまましくは乳化剤を用いて水に分散せしめてなる分散液を用いて処理することにより織維または紙を処理する方法である。

織維製品の柔軟撥水剤として要求される性能は一般的には風合、染色物等への悪影響を及ぼさないこと、撥水剤、撥水撥油剤を更に併用する時にはその撥水性、撥油性を阻害しない事、更にセルロース系天然織維、再生織維、半合成織維に対しては強度向上効果、防縮性向上効果、合成織維に対しては帯電防止剤併用時の帯電防止性を阻害しない事等があげられている。その他製品の分散安定性も長期間良好であることが望まれる。

従来、この種の機能を持たせる柔軟撥水剤としてはステアリン酸アミドに代表されるC₁₂〜C₁₈の直鎖状脂肪族アミドのメチロール化物及びその分散物、ポリエチレン、ワックス等の乳化液、第4級アンモニウム塩等の水溶液等が知られている。なかでも風合面から脂肪族アミドのメチロール化物分散液が高級品として広く用いられているが、その製品化方法が機械的粉砕微細化法を行なう必要があるため製品の分散安定性に欠けるし、分散化に使用される界面活性剤の使

用量も多くしなければならぬ。このために諸性能に悪影響を及ぼすのである。

本発明は、従来のこれらの欠点、問題点を一挙に解決した柔軟撥水処理法を提供せんとするものである。

すなわち本発明は、繊維または紙を炭素数8〜20の脂肪族モノカルボン酸とアルキレンポリアミンとからなるポリアミド体にエピハロヒドリンを反応させて得られる生成物をそのまゝもしくは乳化剤を用いて水に分散せしめてなる分散液を用いて処理することを特徴とする繊維または紙の処理法であつて、その主な利点を列挙すると次のとおりである。

本発明に用いる化合物は、それ自身が界面活性剤的性質を有するためには乳化液の分散安定性に非常に長期間良好である。

更に目的柔軟撥水効果は従来公知のものに比べて一段とすぐれており、また従来公知の柔軟剤にみられる欠点、問題点はほとんど解決されている。

化反応を適用することによって容易に行なわれる。

得られた目的物は、ワックス状乃至固形状であり、そのまゝまたは乳化剤と共に水に分散させて柔軟撥水処理液とする。乳化剤としては非イオン、アニオン、カチオン、両性の界面活性剤が適当であり、目的物100重量部に対して、0乃至20重量部を使用する。乳化する方法は、水中又は乳化剤を加えた水中に目的物を加えて攪拌することにより達成される。目的物と水との比は重量比で5:95乃至40:60が適当である。

かくして得られた目的物は繊維及び紙の柔軟撥水剤として秀れた性能を有するものである。本発明にいう繊維としてはセルロース系、羊毛、絹等の天然繊維、ポリエステル、ポリアミド、ポリアクリロニトリル等の合成繊維、セルロースアセテートの様な半合成繊維が加工対象とされ、繊維重量に対して0.1乃至5%使用するのが適当である。加工に際しては、浸漬、噴霧あ

本発明にいう炭素数8乃至20の脂肪族モノカルボン酸として適当なのは、たとえばカプリル酸、カプリン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸等であり、更に合成脂肪酸も使用し得る。

また、アルキレンポリアミンとして適当なのは、エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレンテトラミン、テトラエチレンペンタミン等のエチレンアミン類、プロピレンジアミン、イミノビスプロピルアミン、メチルイミノビスプロピルアミン等のプロピレンアミン類、γ-アミノエチルピペラジン、ピペラジン等のピペラジン類などである。

アルキル化剤としては、エピクロロヒドリン、エピブロムヒドリン、メチルエピクロロヒドリン等のエピハロヒドリン類、特に好ましくはエピクロロヒドリンである。

脂肪族モノカルボン酸とアルキレンポリアミンの反応及び得られたアミド体とエピハロヒドリン類との反応は公知の脱水縮合及びアルキル

あるいはコーティング法により含浸され、通常の浸漬乾り機で調節される。含浸させた後は乾燥、熱処理を行なうのが普通である。又、紙に加工する場合は、長網又は円網式の抄紙機を使用し、パルプスラリーに添加することも、含浸機により含浸することも、スプレー機により紙の表面にスプレーすることも可能である。

紙の場合も、紙の重量に対して0.1乃至5%使用するのが適当である。

本発明に於る柔軟撥水剤の好適な原料の組合せを以下に例示する。

化合物番号	モノカルボン酸	ア ミ ン	アルキル化剤
(1)	ステアリン酸	ジエチレントリアミン	エピクロロヒドリン
(2)	"	"	エピブロムヒドリン
(3)	"	イミノビスプロピルアミン	エピクロロヒドリン
(4)	ラウリン酸	エチレンジアミン	"
(5)	"	γ-アミノエチルピペラジン	"

以下、実施例によって本発明の方法を更に詳細に説明するが、本発明はこれらにのみ限定さ

れたことはいうまでもない。

参考例 1

ステアリン酸、ジエチレントリアミン、エピタロールヒドリンを原料として得た化合物（化合物 1）50g、ノイゲン BA-120（第一工業製薬社商品名、ノニルフェノールポリオキシエチレンエーテル）3g、水 447g を仕込み 90℃ にて 1 時間攪拌して分散液 495g を得た（製品 1 とする。）。

また前記化合物の 50g を水 450g と共に 100℃ で 30 分間攪拌し、分散液 493g を得た。（製品 2 とする。）

参考例 2

ステアリン酸、イミノビスプロピルアミン、エピタロールヒドリンを原料として得た化合物 65g、ネオベレッタスー 5（花王石鹼社商品名、ドデシルベンゼンスルホン酸ソーダ）5g、水 430g からなる混合物を 95℃ で 1 時間攪拌し、分散液 485g を得た（製品 3 とする。）。

次にこの処理液を用いて次の加工条件により織物処理した。

処理結果を表 2 に示す。

加工供試布：40 番アロン（65）/綿（35）混紡ブロード

40 番アロン（65）/綿（35）混紡ブロード

浸漬 絞り：2 Days 2 Nips（絞り率 70%）

予備乾燥：105℃ × 2 min

キュアリング：150℃ × 3 min

参考例 3

ラウリン酸、N-アミノエチルピペラジン、エピタロールヒドリンを原料として得た化合物 50g、アモーゲン-エ（第一工業製薬社商品名、ラウリルジノチルベタイン）10g、水 440g からなる混合物を 80℃ で 2 時間攪拌して分散液 496g を得た（製品 4 とする。）。

実施例 1

参考例 1～3 で得た製品 1～4 を用いて表 1 に示す処方によりそれぞれの処理液を作成した。

処 方		成分 A	B
Sumitex Resin NS-1 (g)	10	10	10
Sumitex Accelerator X-50 (g)	2.5	2.5	2.5
製 品 1 ~ 4 (g)		2	4
水 に て total	64	100	100

注 ※1 住友化学社商品名、ジメチロールグリオキザールモノクレイン 50% 水溶液
※2 住友化学社商品名、硬質化剤 2% 水溶液

表 2

供 試 布	織 造 法	アロン / 綿 混紡ブロード		アロン / 綿 混紡ブロード		水
		防縮率 (W+P)	防縮率 (W+P)	防縮率 (g)	防縮率 (g)	
アロン / 綿	ブロード	178	275	32.5	0	0
		253	298	61.0	0	0
製品 1	A	263	313	51.5	50	50
		269	315	49.5	50-70	50-70
製品 2	A	259	311	50.5	50+	50+
		264	314	47.0	70	70
製品 3	A	265	318	51.0	50	50
		272	320	49.5	50+	50+
製品 4	A	273	318	50.0	50+	50+
		277	322	49.0	70	70

測定試験方法

JIS L1004-1972 B 法 (モンサント法)
JIS L1004-1972 B 法 (ハントルオグメーター法)
JIS L1004-1972 A 法 (スプレッド)

実施例 2

参考例 1 で得た製品 1 を用い、紙の内部法による効果を検討した。

抄紙機：TAPPI 式抄紙機

使用パルプ：M.B.K.P OFS = 56.3%

乾燥条件：100℃×1分

この結果を表 3 に示す。

表 3

処 方 点	柔軟剤添加量	米坪量 gr/m ²	Dry 裂断長 (Km)	剛軟度 (Gr)
1	—	46.7	6.95	16.3
2	0.5 重量%	48.4	7.23	14.4
3	1.0 "	47.5	6.53	14.2
4	2.0 "	46.9	5.05	14.6

※：製品 1 中の樹脂分量を示す。

6. 添付書類の目録

特開 昭51-38600(4)

- (1) 明 細 書 1 通 / 1 巻
(2) 委 任 状 1 通

7. 前記以外の発明者、特許出願人または代理人

(1) 発 明 者

住 所 トヨカシネパ
大阪府豊中市本町 9 丁目 7 番 2 / 号
氏 名 加 藤 啓 太 郎
住 所 トヨカシネパ
大阪府豊中市大字二階堂 179 番地
氏 名 前 田 義 隆 17訂正
住 所 トヨカシネパ
大阪府高槻市南平台 3 2 番の 305
氏 名 杉 崎 孝 久
住 所 トヨカシネパ
大阪府豊中市曾根東町 2 丁目 1 / 番
氏 名 加 藤 啓 太 郎
住 所 トヨカシネパ
大阪府豊中市大字二階堂 179 番地
氏 名 加 藤 啓 太 郎